

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 06-082624
 (43)Date of publication of application : 25.03.1994

(51)Int.CI. G02B 5/30
 B29C 55/00
 C08G 64/04
 C08G 64/12
 // B29K 69:00
 B29L 7:00

(21)Application number : 04-260535
 (22)Date of filing : 04.09.1992

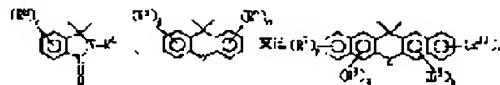
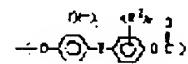
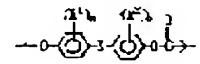
(71)Applicant : IDEMITSU KOSAN CO LTD
 (72)Inventor : MIYAMOTO HIDEYUKI
 SAKAMOTO HIDEJI
 MORISHITA HIRONOBU
 NAGAO TOMOHIRO

(54) PHASE-DIFFERENCE COMPENSATING FILM

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide a polycarbonate phase-difference compensating film with the retardation value controllable in an appropriate range and with the variance of retardation values remarkably reduced.

CONSTITUTION: This phase-difference compensating film consists of the drawn film or sheet of a polycarbonate having a repeating unit shown by formula I or the repeating units shown by formulas I and II and having 0.5-2.5dl/g reduced viscosity (η_{sp}/c). In the formulas, X is a unit expressed by formula III, R1 to R3 and R5 to R12 are each a halogen atom, alkyl, cycloalkyl or aryl R4 is hydrogen atom, an alkyl or cycloalkyl, (a) to (f) and (i) to (k) are each an integer of 0 to 4, (g) and (h) are an integer of 0 to 2, Z is a single bond, $-O-$, $-CO-$, $-S-$, $-SO-$, $-SO_2-$ or $-CH_2-$, and Y is a single bond, $-O-$, $-CO-$, $-S-$, $-SO-$, $-SO_2-$, etc.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 10.02.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(51)Int.Cl.⁵
 G 0 2 B 5/30
 B 2 9 C 55/00
 C 0 8 G 64/04
 64/12
 // B 2 9 K 69:00

識別記号
 9018-2K
 7258-4F
 N P T
 N Q A
 9362-4 J
 9362-4 J

F I

技術表示箇所

審査請求 未請求 請求項の数1(全9頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平4-260535

(22)出願日 平成4年(1992)9月4日

(71)出願人 000183646

出光興産株式会社

東京都千代田区丸の内3丁目1番1号

(72)発明者 宮本 秀幸

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 出光興産株式会社内

(72)発明者 坂元 秀治

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 出光興産株式会社内

(72)発明者 森下 浩延

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 出光興産株式会社内

(74)代理人 弁理士 穂高 哲夫

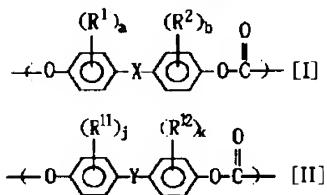
最終頁に続く

(54)【発明の名称】 位相差補償フィルム

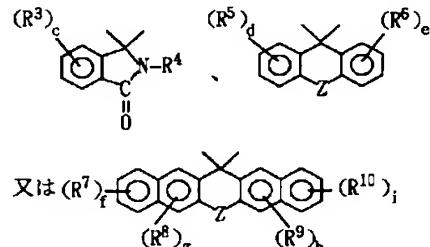
(57)【要約】 (修正有)

【目的】 リターデーション値を適当な範囲に制御しやすく、かつリターデーション値のばらつきを著しく低減することのできるポリカーボネート系位相差補償フィルムを提供する。

【構成】 式[I]で表される繰り返し単位[I]、又は繰り返し単位[I]と式[II]で表される繰り返し単位[II]とを有し、還元粘度 $[\eta]_{sp}/c$ が0.5~2.5 dL/gであるポリカーボネートの延伸フィルム又は延伸シートからなる位相差補償フィルム。



[式中、Xは

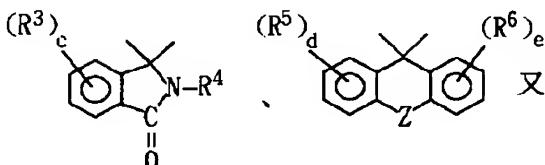
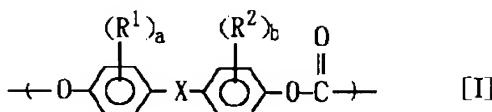


を示し、R¹~R³及びR⁵~R¹²はハロゲン原子、アルキル基、シクロアルキル基又はアリール基等、R⁴は水素原子、アルキル基又はシクロアルキル基、a~f及びi~kは0~4の整数、g及びhは0~2の整数、Zは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-又は-CH₂-、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-等を示す。]

【特許請求の範囲】

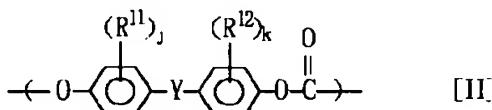
【請求項 1】 下記一般式 [I]

【化1】



(たたし、式中、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数1～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、R⁴は水素原子、炭素数1～12のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、c、d、e、f及びiは各々独立に0から4の整数を示し、g及びhは各々独立に0～2の整数を示し、Zは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-又は-CH₂-を示す。)である。)で表される繰り返し単位[I]、又は、該繰り返し単位[I]と下記一般式[I'I']

【化3】



[たたし、式中、R¹¹及びR¹²は各々独立に、ハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、j及びkは各々独立に0～4の整数を示し、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-、-CR¹³R¹⁴-（式中、R¹³及びR¹⁴は各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示す。）、炭素数5～8のシクロアルキリデノ基又は炭素数2～12のα、β-アルキレン基を示す。] て表される繰り返し単位 [I I] を有し、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/dlの溶液の20℃における還元粘度 [η_{sp}/c] が0.5～2.5dl·gの範囲にあるポリカーボネートの延伸フィルム又は延伸シートからなることを特徴とする位相差補償フィルム。

【発明の詳細な説明】

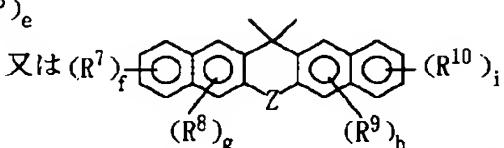
[0 0 0 1]

【産業上の利用分野】 本発明は、位相差補償フィルムに関する、より詳しく言うと、特に液晶パネル用位相差補償フィルム等として有用な高性能の光学的位相差補償フィルムに関する。

[0 0 0 2]

[ただし、式中、 R^1 及び R^2 は各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、 a 及び b は各々独立に0～4の整数を示し、 X は

【化2】



【従来の技術】ポリカーボネートは、一般に、機械的強度、耐熱性等に優れ、また、透明性等の光学的性質、寸法安定性等にも優れていることから、様々な分野で素材として用いられている。それでもなお、近年の用途の拡大に伴って、更に性能の優れたものの開発が要求されている。

【0003】ポリカーボネートの最も代表的なものとして、ビスフェノールAとホスゲンとの反応によって得られるものがあり、またその他にも多種多様のものが知られている。しかしながら、用途によっては、どのような構造のポリカーボネートが好適に用いられるかという基本的な点すら明らかにされていないのが現状である。そこで、その用途開発という点では、それぞれの用途において、より良く適合するポリカーボネートの種類を選定し、更には、これを用途に見合った性能が発揮できるようにすることが必要となる。

【0004】ところで、ポリカーボネートの用途のひとつとして、最近、光学的位相差補償フィルム（シート状や板状のものもあり、例えば位相差シート、位相差板など様々な呼称があるが、本明細書では特にことわらない限り、これらを含めて光学的位相差補償フィルムと総称する。）としての用途が注目されている。光学的位相差補償フィルムとは、複屈折性を有し、直線偏光の入射光に直角方向に位相差を生じせしめ、透過光を円偏光ないし椭円偏光に変換する機能を有するものであり、例えば、液晶パネル用等の種々の光学的機器やデバイスに用いられている。

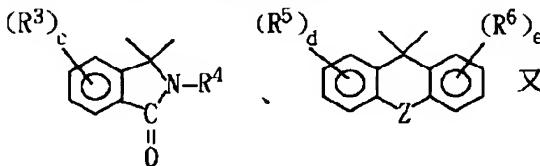
【0005】光学的位相差補償フィルムをこうした用途に用いる場合、通常、その特性のひとつであるリターデーション：値（以下、これをR値と呼ぶ。なお、このR値は、フィルム又はシートの厚み t とその複屈折 Δn の積、すなわち、 $R = t \cdot \Delta n$ 、をnm単位の数値で表したものとして定義される。）が、135nm付近、いわゆる1.4波長ないしそれ以上の、例えば600nm前後の光路差を生ぜしめる位相差フィルムが適当である。また、高性能の位相差フィルムを得るには、延伸フィルム又は延伸シートの全部位においてR値にはらつきがないように作製することも重要である。

【0006】こうした光学的位相差補償フィルムには、従来、酢酸セルロース系のフィルムやシートが用いられてきた。最近になって、寸法安定性、薄肉化の観点から、ポリカーボネート系のフィルムやシートを光学的位相差補償フィルムとして利用することが提案されている（例えば、特開昭63-189804号公報、特開平1-201608号公報を参照）。しかしながら、これら従来の材料からなる延伸フィルムやシートにおいては、一般に、延伸されたフィルムやシートの部位により、例えば、中央部と両端部とで光学的な性質の差が大きく、このため、延伸フィルム又はシートの中央部からしか製品としての位相差補償フィルムを取り出せないという問題があった。

【0007】また、オリカーボネート系のフィルムやシートを光学的位相差補償フィルムとして用いるに際して、特に、均一なR値を得ることを目標として、オリカーボネート材料、その延伸方法及び延伸条件等も検討されている（例えば、特開平4-84107号公報参照）。しかしながら、従来の技術では、十分に満足できる均一なR値を実現させるに致っておらず、特に、光学的に直交ニコル下でのR値のばらつきの無い、すなわち、色むらの無い、より高性能の位相差補償フィルムの開発が求められているのが現状である。

【0008】

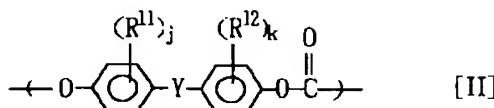
【発明が解決しようとする課題】本発明は、前記事情に基づいてなされたものである。本発明の目的は、前記問



（ただし、式中、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数1～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、R⁴は水素原子、炭素数1～12のアルキル基又はシクロアルキル基を示し、c、d、e、f及びiは各々独立に0から4の整数を示し、g及びhは各々独立に0～2の整数を示し、Zは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-又は-CH₂-を示す。）である。】で表される繰り返し単位【I】、又は、該繰り返し単位【I】と下記一般式【II】

【0013】

【化6】



【ただし、式中、R¹¹及びR¹²は各々独立に、ハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換

題点を解決し、R値を適當な範囲に制御しやすい上に、R値のばらつきを著しく低減することができるなどの利点を有し、液晶パネル用位相差補償フィルム等として好適に利用できる高性能のポリカーボネート系光学的位相差補償フィルムを提供することにある。

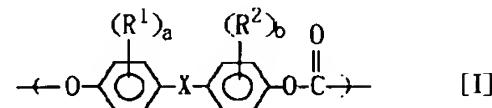
【0019】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記目的を達成すべく鋭意研究を重ねた結果、特定の一般式で表される繰り返し単位を有するポリカーボネートからなる素材を延伸してなるフィルム又はシートを用いることによって前記目的を満足する高性能の光学的位相差補償フィルムが実現できることを見出した。本発明者らは、上記知見に基づいて本発明を完成するに至った。

【0010】すなわち、本発明は、下記一般式【I】

【0011】

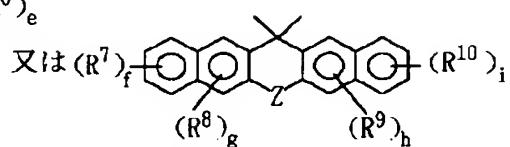
【化4】



【ただし、式中、R¹及びR²は各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、a及びbは各々独立に0～4の整数を示し、Xは

【0012】

【化5】



のアリール基を示し、j及びkは各々独立に0～4の整数を示し、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-、-CR¹³R¹⁴-（式中、R¹³及びR¹⁴は各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示す。）、炭素数5～8のシクロアルキリデン基又は炭素数2～12のα、β-アルキレーニ基を示す。】で表される繰り返し単位【II】とを有し、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/dLの溶液の20℃における還元粘度[η_{sp}/c]が0.5～2.5dL/gの範囲にあるポリカーボネートの延伸フィルム又は延伸シートからなることを特徴とする位相差補償フィルムを提供するものである。

【0014】本発明の位相差補償フィルムには、上記ポリカーボネートからなる延伸されたフィルム又はシートが使用されるが、該ポリカーボネートとしては、前記一般式【I】で表される繰り返し単位【I】からなるポリカーボネート及び前記繰り返し単位【I】と前記一般式【II】で表される繰り返し単位【II】とからなるホ

リカーボネートのうちの少なくとも一種を使用することが重要である。このポリカーボネートとしては、前記繰り返し単位【I】のうちの1種又は2種以上ののみからなる各種のポリカーボネート単独重合体や共重合体、繰り返し単位【I】の1種又は2種以上と繰り返し単位【I】の1種又は2種以上とからなる各種のポリカーボネート共重合体を用いることができる。また、本発明の目的の達成を阻害しない範囲で、更に他の繰り返し単位を含有していてもよい。特に、繰り返し単位【I】と繰り返し単位【I】を有する共重合体の場合、通常、繰り返し単位【I】と繰り返し単位【I】の合計含量に対する繰り返し単位【I】の含有割合が、1モル%以上の範囲にあるものが好ましい。

【0015】なお、これらのポリカーボネートは1種単独で使用してもよく、あるいは、必要に応じて、2種以上を混合物等として併用することもできる。また、これらポリカーボネートを延伸する場合に、必要に応じて適宜、他のポリマー成分や添加剤等の所望の成分を添加して組成物として用いることもできる。

【0016】一般式【I】において、R¹、R²、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR¹⁰は各々独立にハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数1～12の置換若しくは無置換のアリール基を示す。

【0017】置換基R¹、R²、R³、R⁵、R⁶、R⁷、R⁸、R⁹及びR¹⁰の具体例としては、次のようなものを例示することができる。

【0018】ハロゲン原子としては、フッ素原子、塩素原子、臭素原子及びヨウ素原子を挙げることができ、アルキル基としては、例えば、メチル基、エチル基、n-ブロピル基、イソブリル基、n-ブチル基、sec-ブチル基、tert-ブチル基、イソブチル基、n-ベンチル基、イソベンチル基、sec-ベンチル基、tert-ベンチル基、n-オクチル基、n-ヘキシル基、イソヘキシル基、sec-ヘキシル基、シクロヘキシル基等を挙げることができ、置換若しくは無置換のアリール基としては、例えば、フェニル基、メチルフェニル基、エチルフェニル基、ブロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ジメチルフェニル基、トリメチルフェニル基、シクロヘキシルフェニル基、p-ビフェニル基、m-ビフェニル基、n-ビフェニル基、1-ナフチル基、2-ナフチル基、メチルナフチル基、ジメチルナフチル基、エチルナフチル基等を挙げることができ。

【0019】一般式【I】において、R⁴は水素原子、炭素数1～12のアルキル基又はシクロアルキル基を示す。アルキル基の具体例としては、上記例示のものに加えてオクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基等を挙げることができ、シクロアルキル基としては炭素数4～8のものが好ましく、特にシクロヘキ

ル基が好ましい。

【0020】一般式【I】において、R¹¹及びR¹²は各々独立に、ハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示し、ハロゲン原子、炭素数1～6のアルキル基、炭素数6～12のアリール基の具体例としては、上記一般式【I】の説明において例示したものを挙げることができる。炭素数5～7のシクロアルキルとしては、シクロヘキシル基が好適に好ましい。

【0021】一般式【I】において、Yは単結合、-O-、-CO-、-S-、-SO-、-SO₂-、-CR¹³R¹⁴-、炭素数5～8のシクロアルキリデン基又は炭素数2～12のα、ω-アルキレン基を示す。

【0022】ここで、-CR¹³R¹⁴-中のR¹³及びR¹⁴は、各々独立に水素原子、トリフルオロメチル基、炭素数1～6のアルキル基又は炭素数6～12の置換若しくは無置換のアリール基を示すが、アルキル基、アリール基の例としては、前記例示のものを挙げることができる。

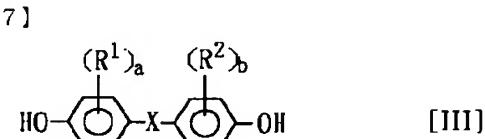
【0023】Yとしてのシクロアリキリデン基としては、1,1-シクロヘンチリデン基、1,1-シクロヘキシリデン基、1,1-シクロヘキチリデン基がある。これらの中でも、1,1-シクロヘキシリデン基が好ましい。

【0024】Yとしての炭素数2～12のα、ω-アルキレン基としては、ジメチレン基からデカメチレン基に至る各種のオリスチレン基を挙げができる。

【0025】これら各種の繰り返し単位【I】及び繰り返し単位【I】は、それに対応する構造を有するモノマーから形成することができ、例えば、対応する構造を有するビスフェノール類(二価フェノール類)とホスゲンを反応させることによって形成することができる。そこで、これら各種の繰り返し単位【I】及び繰り返し単位【I】の具体例を直接示す代りに、それらに対応するビスフェノール類の具体例を以下に挙げる。

【0026】繰り返し単位【I】を形成するビスフェノール類は、下記一般式【III】

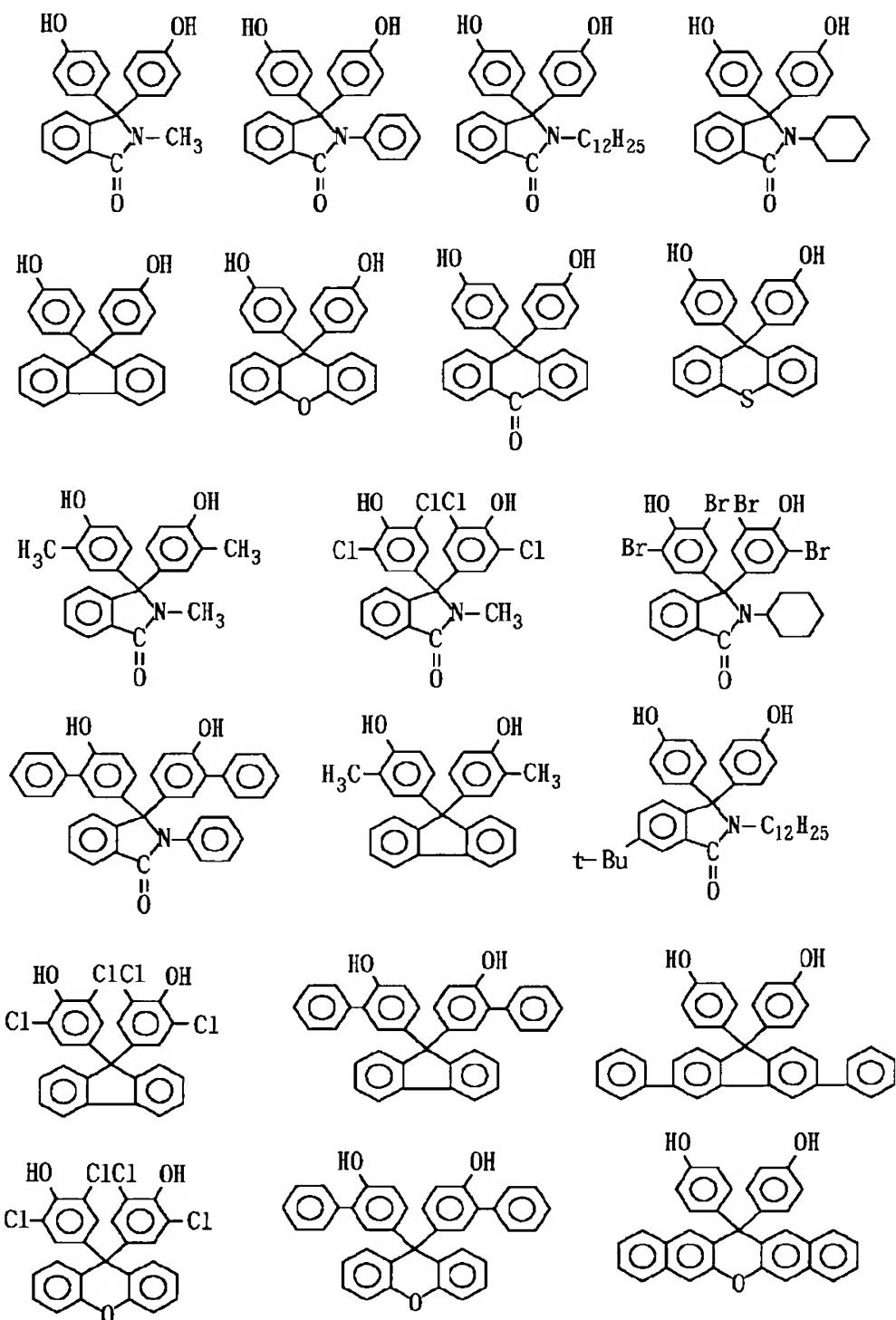
【0027】



(式中、R¹、R²、a、b及びXは、上記と同じ意味を有する。)で表され、その具体例としては、例えば、下記のものが挙げられる。

【0028】

【化8】

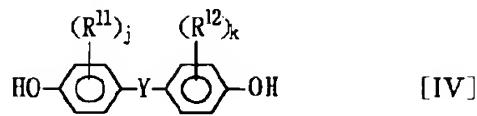


繰り返し単位 [I I] を形成するビスフェノール類は、

下記一般式 [I V]

【0029】

【化9】



(式中、 R^{11} 、 R^{12} 、 j 、 k 及び Y は、上記と同じ意味を有する。) で表され、その具体例としては、例えば、ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、1, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)エタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)ブタン、2, 2-ビス(4-

—ヒドロキシフェニル) オクタン、4, 4-ビス(4-ヒドロキシフェニル) ハブタン、4, 4'-ジヒドロキシテトラフェニルスタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) -1-フェニルエタン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) -1-フェニルスタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) エーテル、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルフィド、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルホン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) シクロハキサン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2-(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) -2-(4-ヒドロキシフェニル) -1-フェニルエタン、ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) スルフィド、ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) イタノ、1, 1-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、2, 2-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル) エタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルホン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) エタン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プロパン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) イソブタン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) ハブタン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) -1-フェニルイタノ、1, 1-ビス(2-tert-アミル-4-ヒドロキシ-5-メチルフェニル) プタン、ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル) イタノ、ビス(3, 5-ジプロモ-4-ヒドロキシフェニル) イタノ、2, 2-ビス(3-クロロ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2-ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2-ビス(3-プロモ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2-ビス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2-ビス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) イタノ、2, 2-ビス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、2, 2-ビス(3, 5-ジクロロ-4-ヒドロキシフェニル) イタノ、1, 1-ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル) エタン、ビス(3-フルオロ-4-ヒドロキシフェニル) エーテル、3, 3'-ジフルオロ-4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、1, 1-ビス(3-シクロヘキシル-4-ヒドロキシフェニル) シ

クロハキサン、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル) ヘキサフルオロブロパン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) -1-フェニル-2, 2, 2-トリフルオロエタン、2, 2-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル) シクロハキサン、ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル) スルホン、4, 4'-ジヒドロキシベンゾフェノン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルホキシド、4, 4'-ジヒドロキシビフェニル、4, 4'-ジヒドロキシ-3, 3'-ジメチルビフェニル、4, 4'-ジヒドロキシ-2, 2'-ジメチルビフェニル、4, 4'-ジヒドロキシ-3, 3'-ジシクロハキシルビフェニル等が挙げられる。

【0030】これら一般式 [11V] で表されるビスフェノール類の中でも、2, 2-ビス(4-ヒドロキシフェニル) プロパン、4, 4'-ジヒドロキシテトラフェニルイタノ、1, 1-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、2, 2-ビス(2-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、1, 1-ビス(2-tert-ブチル-4-ヒドロキシ-3-メチルフェニル) エタン、ビス(4-ヒドロキシフェニル) スルホン、1, 1-ビス(4-ヒドロキシフェニル) シクロヘキサン、2, 2-ビス(3-メチル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン、4, 4'-シヒドロキシビフェニル、2, 2-ビス(3-フェニル-4-ヒドロキシフェニル) プロパン等が適である。

【0031】本発明に用いられるホリカーボネートとしては、直鎖状のもの、分岐状のもの、あるいは分岐構造を有するもの、環状のものあるいは環状構造を有するもの、更には、ポリカーボネート末端に特殊な構造が導入されているものなど種々の分子構造を有するものが適用可能である。

【0032】本発明に用いられるホリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0, 5 g/dLの溶液の20℃における還元粘度 [η_{sp}/c] が0, 5~2, 5 dL/gの範囲にある。還元粘度が0, 5 dL/g未満であるとフィルム又はシートの強度が低下し、2, 5 dL/gを超えると成形等が困難になることがある。

【0033】また、これらのポリカーボネートの製造方法としては特に制限はなく、例えば、前記例示の各種のビスフェノール類をモノマーとして用いてアルカリ金属化合物やビリジン等の酸受容体の存在下で(必要に応じて適当な溶媒中で) ホスゲンガスと反応させるホスゲン法(界面重縮合法、ビリジン法等)、あるいはクロロホルム法、エステル交換法等、公知の重合方法等の各種の方法で製造されたものが適用可能である。なお、このホスゲン法の場合、原料のビスフェノール類とホスゲンを一度に反応させて所望のポリカーボネートとしてもよいし、あるいは、予め反応原料のビスフェノール類の一部とホスゲンとを反応させて分子末端にクロロホルム法を有するオリゴマーを生成せしめ、次いで残りの反応原料を添加して重縮合を完結させ所望のポリカーボ

ネットを得るという2段階法などを用いてもよい。

【0034】本発明の位相差補償フィルムは、前記繰り返し単位【I】又は繰り返し単位【I】と繰り返し単位【II】からなるポリカーボネートのうちの少なくとも1種からなる素材を成形・延伸してなるフィルムやシートを用いることによって構成される。その際、該ポリカーボネートは、単独あるいは任意の割合の混合物として使用することができるし、更には必要に応じて、他のポリマーとの混合物など、他の成分との混合物としても利用することができる。

【0035】上記ポリカーボネートのフィルム又はシートへの成形は、公知の各種の製膜方法によって行うことができ、例えば、溶媒キャスト法、押し出し法、カレンダー法などによって好適に実施することができる。なお、この成形と同時にあるいは連続して延伸を行い、所望の延伸フィルム又はシートとしてもよい。また、こうして成形されたフィルム又はシートを延伸して用いてもよい。いずれにしても、この延伸は、延伸ロールを用いる方法等、公知の延伸、又は公知の成形・延伸方法等の各種の方法によって行うことができる。

【0036】延伸時の温度は、ポリカーボネートのガラス転移温度より幾分高い温度が適当である。

【0037】このフィルム又はシートの延伸は、通常、1軸方向への延伸を行えばよい、その1軸方向への延伸倍率（元の長さに対する延伸分長さの百分率）としては、通常、1～10%，好ましくは3～5%の範囲が好適である。この延伸は一段で行ってもよく、また、多段で延伸してもよい。

【0038】こうして得られる延伸フィルム又はシートの厚みとしては、使用したポリカーボネートの特性（特に複屈折などの光学的特性）や延伸の程度等によって最適値が異なるので一律に定めることはできないが、通常、5.0～30.0μm程度とすることが好ましい。すなわち、延伸フィルム又はシートの複屈折△nを考慮し、その厚みを適宜選定することによって所望のR値を有する位相差補償フィルムを容易に製造することができる。

【0039】以上のようにして得られる本発明の位相差補償フィルムは、特にR値のばらつきが少なく（例えば、このばらつきは、通常、3%以内、更には2%以内という著しく小さい範囲に容易に納めることができ）、高性能の光学的位相差補償フィルムであり、液晶パネル用をはじめとする各種の用途に有利に利用することができる。

【0040】

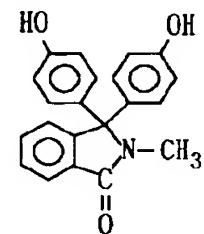
【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。

【0041】実施例1

原料モノマーとして下記構造

【0042】

【化10】



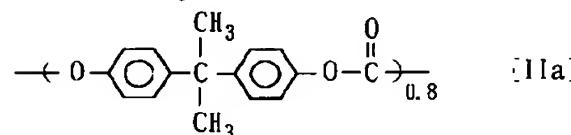
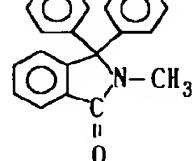
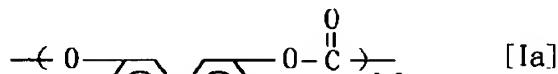
のビスフェノール化合物15.4g(0.051モル)及び2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン42.6g(0.205モル)、濃度8%の水酸化ナトリウム水溶液55.0ml、塩化メチレン40.0ml、末端停止剤(分子量調節剤)としてp-tert-ブチルフェノール0.15g及び触媒として10%トリエチルアミン水溶液3mlを邪魔板付き反応器内に導入し、反応液の温度を10°C付近に保持しながら激しく攪拌しつつ、ホスゲンガスを1.00ml・分の割合で15分間吹き込んで重縮合反応を行った。

【0043】反応終了後、有機層に塩化メチレン1リットルを加えて希釈し、水、希塩酸、水の順に洗浄した後、メタノール中に投入してポリカーボネートを得た。

【0044】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5g/dlの溶液の20°Cにおける還元粘度[η]sp/cが0.78dl/gであった。¹H-NMRスペクトル分析により、得られたポリカーボネートは下記繰り返し単位【Ia】及び【IIa】を下記モル比で有するポリカーボネートであることが確認された。

【0045】

【化11】



上記のポリカーボネートを押し出しによって厚さ1.20μm、幅50.0mmの透明フィルムとし、このフィルムを16.0°Cで一軸で5%延伸し、厚さ1.00μmの均一な位相差補償フィルムを得た。得られた位相差補償フィルムを幅40.0mm長さ1mに切断し、縦横各々5.0mm間隔で8×20=160箇所で複屈折を偏光顕微鏡に取付けたセナルモンコシヘンセーターを用いて測定し、R値を算出した。光源としてはハロゲンランプを用いた。測定結果は表1に示した。また、このフィルムは直

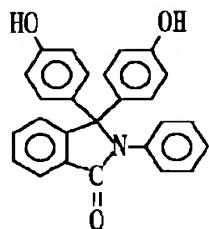
直交ニコル下で均一な色調を示した。

【0046】実施例2

モノマーとして下記構造

【0047】

【化12】

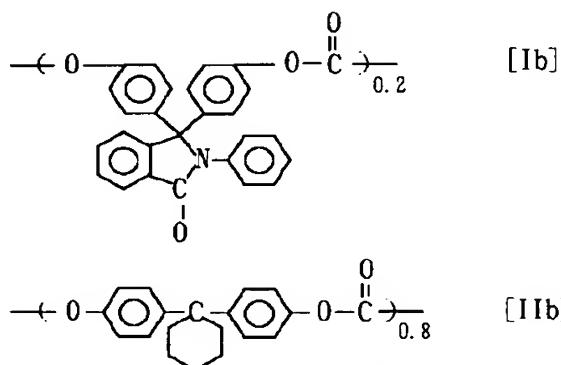


のビスフェノール化合物20.0 g (0.051モル) 及び1,1-ビス(4-ヒドロキシフェニル)シクロヘキサン54.9 g (0.205モル)を用いた以外は実施例1と同様にしてポリカーボネートを得た。

【0048】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5 g/dlの溶液の20℃における還元粘度 $[\eta_{sp}/c]$ が0.81 dl/gであった。¹H-NMRスペクトル分析により、得られたポリカーボネートは下記の繰り返し単位【Ib】及び【IIb】を下記モル比で有するポリカーボネートであることが確認された。

【0049】

【化13】



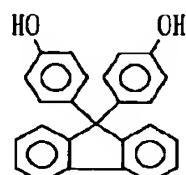
このポリカーボネートを用いて、実施例1と同様にして位相差補償フィルムを作製し、R値の測定を行った。測定結果は表1に示したようになった。また、このフィルムは直交ニコル下で均一な色調を示した。

【0050】実施例3

モノマーとして下記構造

【0051】

【化14】

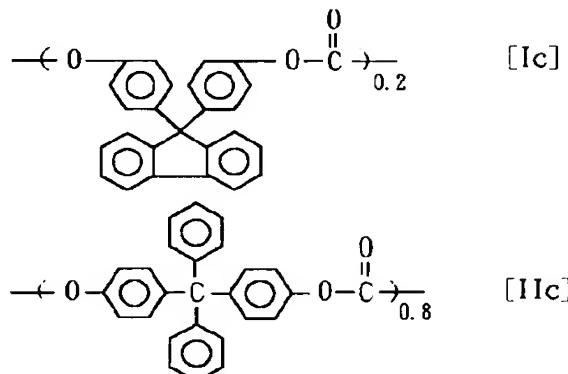


のビスフェノール化合物20.0 g (0.051モル) 及び4,4'-ジヒドロキシテトラフェニルメタン72.2 g (0.205モル)を用いた以外は実施例1と同様にしてポリカーボネートを得た。

【0052】このようにして得られたポリカーボネートは、塩化メチレンを溶媒とする濃度0.5 g/dlの溶液の20℃における還元粘度 $[\eta_{sp}/c]$ が0.82 dl/gであった。¹H-NMRスペクトル分析により、得られたポリカーボネートは下記の繰り返し単位【Ic】及び【IIc】を下記モル比で有するポリカーボネートであることが確認された。

【0053】

【化15】



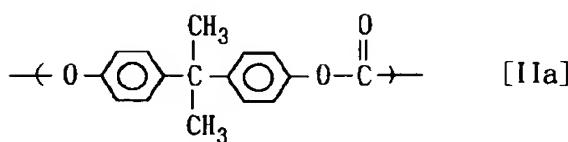
このポリカーボネートを用いて、実施例1と同様にして位相差補償フィルムを作製し、R値の測定を行った。測定結果は表1に示したようになった。また、このフィルムは直交ニコル下で均一な色調を示した。

【0054】比較例1

市販のポリマーである2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンとホスゲンとの反応(末端停止剤はp-tert-ブチルフェノール)によって製造された下記の繰り返し単位【IIa】からなるポリカーボネート($[\eta_{sp}/c] = 0.76 \text{ dl/g}$)を用いて、実施例1と同様にして位相差補償フィルムの作製を試み、得られたフィルムについて実施例1と同様にしてR値の測定を行った。測定結果は表1に示したようになった。このフィルムは直交ニコル下で顕著な色調のムラを示した。

【0055】

【化16】



【0056】

【表1】

	R値 (nm)	R値のバラツキ (nm)	同 バラツキ (%)
実施例1	298	6.0	2.0
実施例2	386	8.5	2.2
実施例3	420	7.1	1.7
比較例1	290	247	85.2

【0057】

【発明の効果】本発明によると、特定の構造のポリカーボネートからなる延伸フィルム又は延伸シートを用いているので、R値を適当な範囲に制御しやすい上に、R値のばらつきを例えば3%以内、更には2%以内という著しく低い範囲に容易に低減することができ、したがって、液晶パネル用位相差補償フィルム等として好適にか

つ有利に利用できる高性能の位相差補償フィルムを提供することができる。

【0058】また、本発明によると、同一フィルム内のみならず各種製品間においてもR値のばらつき等品質のむらを著しく低減することができるので、製品の歩留り及び生産性をも著しく改善することができる。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. 5

B 29 L 7:00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

4F

(72) 発明者 長尾 知浩

千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地 出光興産株
式会社内